

University of Groningen

The Buss-Kneader as polymerization reactor for acrylates

Troelstra, Erik Jan

IMPORTANT NOTE: You are advised to consult the publisher's version (publisher's PDF) if you wish to cite from it. Please check the document version below.

Document Version

Publisher's PDF, also known as Version of record

Publication date:

1998

[Link to publication in University of Groningen/UMCG research database](#)

Citation for published version (APA):

Troelstra, E. J. (1998). *The Buss-Kneader as polymerization reactor for acrylates*. [Thesis fully internal (DIV), Groningen]. s.n.

Copyright

Other than for strictly personal use, it is not permitted to download or to forward/distribute the text or part of it without the consent of the author(s) and/or copyright holder(s), unless the work is under an open content license (like Creative Commons).

The publication may also be distributed here under the terms of Article 25fa of the Dutch Copyright Act, indicated by the "Taverne" license. More information can be found on the University of Groningen website: <https://www.rug.nl/library/open-access/self-archiving-pure/taverne-amendment>.

Take-down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

Downloaded from the University of Groningen/UMCG research database (Pure): <http://www.rug.nl/research/portal>. For technical reasons the number of authors shown on this cover page is limited to 10 maximum.

The Buss-Kneader as Polymerization Reactor for Acrylates

RIJKSUNIVERSITEIT GRONINGEN

The Buss-Kneader as Polymerization Reactor for Acrylates

Proefschrift

ter verkrijging van het doctoraat in de
Wiskunde en Natuurwetenschappen
aan de Rijksuniversiteit Groningen
op gezag van de
Rector Magnificus, dr. F. van der Woude
in het openbaar te verdedigen op
vrijdag 4 september 1998
des namiddags te 2.45 uur

door

Erik Jan Troelstra
geboren op 5 augustus 1969
te Arnhem

**Promotores: Prof. dr. ir. L.L. van Dierendonck
Prof. dr. ir. L.P.B.M. Janssen**

ISBN 90-367-0912-1

Dankwoord

Velen hebben op directe of indirecte wijze bijgedragen aan het tot stand komen van dit proefschrift. Enkelen wil ik met name bedanken.

In de eerste plaats mijn promotor Prof. Dr. Ir. Laurent L. van Dierendonck. Zijn adviezen omtrent het onderzoek, evenals ons persoonlijk contact, hebben mij erg gemotiveerd. De zeer snelle beoordeling van concept hoofdstukken hebben het mogelijk gemaakt om op efficiënte wijze tot een definitieve versie van dit proefschrift te komen. De deur van promotor Prof. Dr. Ir. Léon P.B.M. Janssen 'stond altijd open' voor discussies omtrent de verkregen resultaten. Zijn bijdrage is hierdoor dan ook erg waardevol geweest.

Het onderzoek is uitgevoerd in samenwerking met het 'Ecole Polytechnique Fédérale Lausanne' (EPFL, Zwitserland) en met de bedrijven Buss Compounding Systems A.G. in Pratteln (Zwitserland) en DSM-Research in Geleen. De regelmatige voortgangsbesprekingen (4 maal per jaar) met de vertegenwoordigers van genoemde partijen waren leerzaam en motiverend. Hiervoor dank ik, naast de eerder genoemde promotoren, Prof. Dr. A. Renken (EPFL), Dr. S. Maeder (collega promovendus EPFL), Dr. P. Franz (Buss Compounding Systems AG), L. Krijger (Buss Benelux B.V.), Dr. S. De Boni (Buss Compounding Systems AG), Dr. M. van Duin (DSM-Research), Dr. S. Mutsers (DSM-Research), Dr. E. ABu Bakr (DSM-Research), Dr. F. Witte (DSM-Resins, Zwolle) en Prof. Dr. R. van der Linde (DSM-Resins, Zwolle / TU Eindhoven). Besprekingen met Peter Franz en Louis Krijger over uit te voeren proeven waren zeer constructief. Hun enthousiasme en vele hulp heeft inspirerend gewerkt. John Riedberg (DSM-Resins) dank ik voor de nuttige adviezen. De economische evaluatie, beschreven in hoofdstuk 8, is uitgevoerd door Peter Nossin (DSM research). Dit heeft het beschreven onderzoek compleet gemaakt.

De beoordelingscommissie, bestaande uit Prof. Dr. A. Renken, Prof. Dr. R. van der Linde en Prof. Dr. G. Groeninckx (Katholieke Universiteit Leuven, België) dank ik voor hun waardevolle suggesties ter verbetering van het proefschrift.

De in hoofdstuk 4 toegepaste methode om micro-menging te analyseren is, onder begeleiding van Prof. Dr. J. Baldyga, ontwikkeld door Dr. A. Rozen gedurende zijn promotie onderzoek aan de universiteit van Warschau in Polen. Op uitnodiging van Frank Mosterd (DSM-Research) heb ik gedurende 2 weken bij Antoni Rozen een 'stage' gelopen in het DSM laboratorium. De hulp van Antoni Rozen was onmisbaar voor het tot stand komen van hoofdstuk 4 over micro-menging.

Het polymeriseren van acrylaten in extruders vereist strenge veiligheidsvoorzieningen. Dr. A.J.F. Simons, Ir. P.F.M Rulkens en Ir. R v.d. Hof

van DSM Geleen en Ir. C.J. Groen (arbo- milieu coördinator), Oetze Staal en Laurens Bosgra van de Universiteit dank ik voor hun assistentie bij de totstandkoming van goede randvoorwaarden waarbinnen op veilige wijze geëxperimenteerd kon worden.

Veel werk, beschreven in dit proefschrift, is uitgevoerd door 'afstudeerders', zijnde: Ali Ghahrmani, Jan van Lune, Arjette Arkema, Peter Stuut, Margo Kerkvliet en Maarten van der Zwaag. Hun hulp, kennis en gezelligheid zijn zeer waardevol geweest. Naast deze studenten, die allen werkzaam waren binnen het beschreven onderzoeksgebied, heb ik afstudeerders mogen begeleiden die onderzoek deden in opdracht van de firma 'General Electric Plastics'. Deze opdrachten hadden allen betrekking op de verwerking van polymeren door middel van extruders. Mede dankzij het enthousiasme van de studenten en de contactpersonen bij General Electric Plastics was dit leerzaam en plezierig werk. De betreffende studenten, Jorrit de Groot, Anton Alderliesten en Wouter Hut dank ik dan ook voor hun inzet.

Het ondersteunend personeel van de afdelingen technische scheikunde, polymeerchemie en de algemeen ondersteunende diensten (AOD) ben ik veel dank verschuldigd. Hiervan wil ik enkelen met name noemen: Laurens Bosgra voor zijn hulp bij het prepareren van de proefopstellingen; Marcel de Vries en Jan Bolhuis voor de technische ondersteuning; Jan Henk Marsman, Ronald Veenhuis en alle stagiaires, werkzaam op de analyse afdeling van Technische Scheikunde, voor hun hulp bij GPC en GC analyses; 'het secretariaat' van technische Scheikunde; Gert Alberda van Ekenstein en Adams Verwey van de afdeling polymeerchemie voor hun hulp bij de DSC metingen; Karel van der West en Jan van der Zeeuw van de centrale werkplaats en tenslotte Hans Wagter en Arie Noldmans van de elektronische dienst.

Rogier Krens en mijn broer en zus, respectievelijk Hans en Christine, dank ik voor het corrigeren van de Engelse tekst. Paranimf Rienk Hettema, mijn kamergenoot op het lab, heeft een belangrijke bijdrage geleverd aan de leuke tijd die ik op het lab heb gehad. Mijn tweede paranimf, Caspar van der Woude, heeft een belangrijke bijdrage geleverd aan de leuke tijd die ik buiten het lab heb gehad.

Erik Jan Troelstra

STICHTING DRUKKERIJ



REGENBOOG

Acknowledgement

This study is financially supported by Buss Compounding Systems AG, Pratteln (Switzerland), DSM-Research, Geleen (The Netherlands), CERS, Bern (Switzerland) and 'AIO-Netwerk' (The Netherlands)

Contents

Chapter 1	Introduction	1
1.1	General introduction	3
1.2	The Buss-Kneader	4
1.3	Scope of this thesis	6
1.4	References	7
Chapter 2	Residence time distribution in a Buss Kneader	9
2.1	Introduction	11
2.2	Theoretical aspects	11
2.3	Experimental	14
2.4	Results	14
2.5	Conclusions	19
2.6	Nomenclature	19
2.7	References	20
Chapter 3	Heat transfer coefficient of a Buss-Kneader	21
3.1	Introduction	23
3.2	Theory	23
3.2.1	Heat transfer resistance at oil side	26
3.2.2	Heat transfer resistance of the iron	26
3.2.3	Heat transfer resistance at stock side	27
3.2.4	Overall heat transfer to the screw	28
3.2.5	Overall heat transfer to the barrel	28
3.2.6	Experimental determination of U_{barrel} and U_{screw}	29
3.3	Experimental setup	30
3.4	Results	31
3.4.1	Overall heat transfer to barrel; overall heat transfer to screw	34
3.4.2	Partial heat resistances	36
3.5	Remarks on scale-up	38
3.6	Conclusions	39
3.7	Nomenclature	39
3.8	References	41

Chapter 4	<i>Micro-mixing phenomena in a Buss-Kneader</i>	43
4.1	Introduction	45
4.2	Micro-mixing	45
4.2.1	Micro-mixing without reaction	45
4.2.2	Micro-mixing with reaction	47
4.3	Mixing in extruders	53
4.4	Mixing efficiency	53
4.5	Mean power input per unit volume	55
4.6	Experimental	56
4.6.1	Analytical method	58
4.7	Results	58
4.8	Discussion of results	63
4.9	Application in bulk-polymerization of MMA	64
4.10	Conclusions	65
4.11	Nomenclature	66
4.12	References	67
Chapter 5	<i>Polymerization kinetics co-polymerization of n-butylacrylate and hydroxyethyl methacrylate</i>	69
5.1	Introduction	71
5.2	Kinetic model	71
5.3	Differential scanning calorimetry	75
5.3.1	Isothermal DSC	76
5.3.2	Scanning DSC	76
5.4	Experimental	77
5.5	Results	77
5.5.1	Initiator: Luperox 26R	79
5.5.2	Initiator: Luperox 533-M-65	81
5.6	Conclusions	83
5.7	Nomenclature	83
5.8	References	84
Chapter 6	<i>Modeling of a Buss-Kneader as a polymerization reactor for acrylates</i>	85
6.1	Introduction	87
6.2	Reactor model	87
6.3	Experimental	92
6.4	Results	93

6.5	Conclusions	99
6.6	Nomenclature	100
6.7	References	101

Chapter 7 *The Buss-Kneader as polymerization reactor for methyl methacrylate based resins* 103

7.1	Introduction	105
7.2	Reactor model	106
7.3	Experimental setup	106
7.4	Homo-polymerization of methyl methacrylate	106
7.4.1	Polymerization kinetics	107
7.4.2	Pressure control	108
7.4.3	Results	110
7.5	Preparation of an acrylic resin for coating purposes	113
7.5.1	Polymerization kinetics	113
7.5.2	Pressure control	114
7.5.3	Results	114
7.5.4	Insoluble products	117
7.6	Conclusions	117
7.7	Nomenclature	118
7.8	References	119

Chapter 8 *Commercialization of reactive extrusion; Scale-up and economical evaluation* 121

8.1	Introduction	123
8.2	Scale-up; scale-down	123
8.2.1	Step 1: Model description and validation	123
8.2.2	Step 2: Computer aided plant-design on commercial scale	124
8.2.3	Step 3: Scale down to perform pilot plant tests	127
8.3	Economical evaluation	130
8.3.1	Process description	131
8.3.2	Cost price calculations (Functional unit method)	136
8.4	Conclusions	139
8.4.1	Scale-up	139
8.4.2	Economical evaluation	140
8.5	Nomenclature	140
8.6	References	141

Chapter 9	Main conclusions and recommendations	143
9.1	Main conclusions	145
9.1.1	Quantification of reactor characteristics	145
9.1.2	Quantification of polymerization kinetics (DSC)	145
9.1.3	Bulk-polymerization of acrylates within a Buss-Kneader	145
9.1.4	Application of the extruder as polymerization reactor on commercial scale	146
9.2	Recommendations	146
	Summary	149
	Samenvatting	153